

Rec'd PCT/PTO 23.11.2004
PCT/JP 2004/015830
10/540480
13.10.2004

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

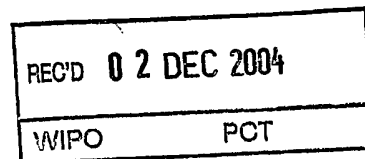
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 1 0 月 1 6 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 3 5 6 7 5 0
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 3 5 6 7 5 0]

出 願 人 三 菱 電 機 株 式 会 社
Applicant(s):

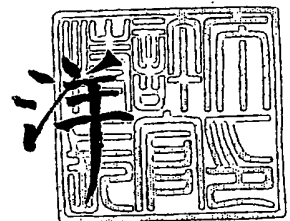


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 4 年 1 1 月 1 8 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 1 0 4 7 5 1

【書類名】 特許願
【整理番号】 547536JP01
【提出日】 平成15年10月16日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C10M173/02
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内
 【氏名】 鶴田 明三
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内
 【氏名】 濱保 昌之
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内
 【氏名】 河嵯 貴文
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内
 【氏名】 西田 博一
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内
 【氏名】 富永 尚史
【特許出願人】
 【識別番号】 000006013
 【氏名又は名称】 三菱電機株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100057874
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 曾我 道照
【選任した代理人】
 【識別番号】 100110423
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 曾我 道治
【選任した代理人】
 【識別番号】 100084010
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 古川 秀利
【選任した代理人】
 【識別番号】 100094695
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 鈴木 憲七
【選任した代理人】
 【識別番号】 100111648
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 梶並 順
【選任した代理人】
 【識別番号】 100118072
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 醍醐 美知子
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 000181
 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

特許請求の範囲 1

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

砥粒及び塩基性物質を含有するシリコンインゴット切削用スラリーにおいて、
前記塩基性物質の含有量が、前記スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも 3
．5 質量%であること、
前記スラリーが、前記スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で 0．5～5．0 の
有機アミンを含有すること、及び
前記スラリーの pH が 12 以上であること
を特徴とするシリコンインゴット切削用スラリー。

【請求項 2】

砥粒及び塩基性物質を含有するシリコンインゴット切削用スラリーを用いてシリコンイ
ンゴットを切断する方法において、
前記塩基性物質の含有量が、前記スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも 3
．5 質量%であること、
前記スラリーが、前記スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で 0．5～5．0 の
有機アミンを含有すること、
前記スラリーの pH が 12 以上であること、及び
前記スラリーを 65℃～95℃で使用することを特徴とするシリコンインゴットの切断
方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】シリコンインゴット切削用スラリー及びそれを用いるシリコンインゴットの切断方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、半導体用及び太陽電池用のウエハを製造するために、単結晶、多結晶又はアモルファスのシリコンインゴットを切断する際に使用するシリコンインゴット切削用スラリー及びそれを用いるシリコンインゴットの切断方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、シリコンインゴットの切断には、小さい切断代および均一な厚さで切断することや一度に多数枚のウエハを切断することができるワイヤーソーが用いられている。このワイヤーソーを用いたシリコンインゴットの切断は、走行するワイヤーにシリコンインゴットを押し付けつつ、その切断界面に砥粒を含む切削用スラリーを導入することによって行われている。このようなワイヤーを用いたシリコンインゴットの切断においては、高いウエハ品質を維持すると共に、切断速度を向上させ、切断代や切断ピッチを小さくして、ウエハ加工費を削減することが要求されている。

【0003】

高いウエハ品質を維持するためには、切削用スラリー中の砥粒の分散性を高め、切削性能を常に一定に保つ必要がある。このため、キサントガムやポリビニルアルコールのような増粘剤を切削用スラリーに添加して粘度を高め、砥粒の沈降を抑制することが行われている。しかし、このような切削用スラリーを使用して切断加工を長時間行くと、スラリー粘度が更に高くなるので、切断抵抗が増大して切断速度が低下したり、ワイヤーが破断する。

【0004】

一方、切断代を小さくするには、ワイヤー径を小さくすればよいが、その分ワイヤーの破断強度が低下するため、ワイヤーに掛かる張力を小さくする必要がある。張力を小さくすると、切断界面における砥粒の分散不良から切断抵抗が増大してワイヤーの変位（撓み）が大きくなるので、切断速度が低下したり、ウエハの反り、厚さむら、微小な凹凸（ソーマーク）が発生し、ウエハの品質が低下する。また、無理にインゴットの送り速度を高くすると、ワイヤーに大きな張力が生じるため、結果としてワイヤーの破断を生じる。また、切断ピッチを小さくしてウエハを薄くすると、切断抵抗によってウエハに微小なクラックが発生したり、切断加工中にウエハが保持部材から脱落したりする。

従って、高いウエハ品質を維持すると共に、切断速度を向上させ、シリコンインゴットの切断代や切断ピッチを小さくするためには、切断抵抗を低減することが必要である。

【0005】

そこで、固定砥粒ワイヤーと、遊離砥粒を含むスラリー又は濃度が2%以下のKOHアルカリ溶液とを用いてシリコンインゴットを切断する方法が提案されている（例えば、特許文献1を参照）。

【0006】

【特許文献1】特開2000-343525号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、固定砥粒ワイヤーと遊離砥粒を含むスラリーとを用いる従来の切断方法では、遊離砥粒を運搬する媒体として固定砥粒ワイヤーを単に使用し、遊離砥粒によるラッピング作用でシリコンインゴットを切断しており、見かけ上、固定砥粒ワイヤーによる切断抵抗を下げているに過ぎない。更に、裸のワイヤーを用いる場合に比べ、切断屑や遊離砥粒が排出され難くなって、スラリー粘度が高くなるという問題がある。その上、固定砥粒ワイヤーは非常に高価であり、これを使用することは著しく経済性を欠いている。

また、固定砥粒ワイヤーとアルカリ溶液とを用いる従来の切断方法では、切断抵抗を十分に下げられないため、ウエハの反り、厚さむら、微小な凹凸、微小クラックが発生し易いという問題がある。

【0008】

したがって、本発明は、上記のような課題を解決しようとするものであり、シリコンインゴット切断加工時の切断抵抗を低減して、高品質のウエハを効率よく得ることができるシリコンインゴット切削用スラリー及びそれを用いるシリコンインゴットの切断方法を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は、砥粒及び塩基性物質を含有するシリコンインゴット切削用スラリーにおいて、前記塩基性物質の含有量が、前記スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも 3.5 質量%であること、前記スラリーが、前記スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で 0.5～5.0 の有機アミンを含有すること、及び前記スラリーの pH が 12 以上であることを特徴とするシリコンインゴット切削用スラリーである。

【0010】

また、本発明は、砥粒及び塩基性物質を含有するシリコンインゴット切削用スラリーを用いてシリコンインゴットを切断する方法において、前記塩基性物質の含有量が、前記スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも 3.5 質量%であること、前記スラリーが、前記スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で 0.5～5.0 の有機アミンを含有すること、前記スラリーの pH が 12 以上であること、及び前記スラリーを 65℃～95℃で使用することを特徴とするシリコンインゴットの切断方法である。

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、塩基性物質の含有量を、スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも 3.5 質量%とし、スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で 0.5～5.0 の有機アミンを含有させ、且つスラリーの pH を 12 以上とすることによって、シリコンインゴット切断加工時の切断抵抗を低減することができるので、高品質のウエハを効率よく得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーは、砥粒及び塩基性物質を含有する。そして、塩基性物質の含有量が、スラリーの液体成分全体の質量に対して、少なくとも 3.5 質量%であり、スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で 0.5～5.0 の有機アミンを更に含有し、且つスラリーの pH が 12 以上であることを特徴とする。

【0013】

本発明において、砥粒としては、一般的に研磨材として用いられるものであればよく、例えば、炭化ケイ素、酸化セリウム、ダイヤモンド、窒化ホウ素、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、二酸化ケイ素を挙げることができ、これらを単独で又は二種以上を組み合わせて用いることができる。このような砥粒に用いることのできる化合物は市販されており、具体的には炭化ケイ素としては、商品名 GC (Green Silicon Carbide) 及び C (Black Silicon Carbide) ((株)フジミインコーポレーテッド社製)、酸化アルミニウムとしては、商品名 FO (Fujimi Optical Emery)、A (Regular Fused Alumina)、WA (White Fused Alumina) 及び PWA (Platelet Calcined Alumina) ((株)フジミインコーポレーテッド社製) 等が挙げられる。

砥粒の平均粒子径は、特に限定されるものではないが、好ましくは $1\mu\text{m}$ ～ $60\mu\text{m}$ 、より好ましくは $5\mu\text{m}$ ～ $20\mu\text{m}$ である。砥粒の平均粒子径が $1\mu\text{m}$ 未満であると、切断速度が著しく遅くなってしまい実用的ではなく、砥粒の平均粒子径が $60\mu\text{m}$ を超えると、切断後のウエハ表面の表面粗さが大きくなり、ウエハ品質が低下してしまうことがあるため好ましくない。

また、砥粒の含有量は、特に限定されるものではないが、シリコンインゴット切削用スラリー全体の質量に対して、好ましくは20質量%～60質量%である。砥粒の含有量が20質量%未満であると、切断速度が遅くなって、実用性が乏しくなることがあり、砥粒の含有量が60質量%を超えると、スラリーの粘度が過大になって、スラリーを切断界面に導入し難くなることもある。

【0014】

本発明において、塩基性物質としては、スラリー中で塩基として作用する物質であればよく、例えば、金属水酸化物を挙げることができ、より具体的には、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウム等のアルカリ土類水酸化物を挙げることができる。そして、これらを単独で又は二種以上を組み合わせる用いることができる。これらの中でも、シリコンインゴットとの反応性の観点から、アルカリ金属水酸化物が好ましい。

塩基性物質の含有量は、シリコンインゴット切削用スラリーの液体成分全体の質量に対して、少なくとも3.5質量%、好ましくは少なくとも4.0質量%であって、好ましくは30質量%以下、より好ましくは20質量%以下である。塩基性物質の含有量が少なすぎる場合には、切断抵抗が十分に低減されず、多すぎる場合には、スラリーのpHが飽和してしまい、添加したほどには切断抵抗が低減されず、コストに無駄が多くなって好ましくない。

【0015】

本発明におけるシリコンインゴット切削用スラリーは、塩基性物質の他に、有機アミンを含有する。本発明において有機アミンは、サントングムやポリビニルアルコールのような従来の増粘剤とは異なり、スラリーの化学的作用を高めると共に、切断加工時のスラリーの粘度変化を抑制する物質として作用する。このような有機アミンとしては、公知のものを制限なく使用することができ、例えば、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどのアルカノールアミン類、脂肪族アミン類、脂環式アミン類、芳香族アミン類が挙げられる。そして、これらを単独で又は二種以上を組み合わせる用いることができる。これらの中でも、コストや取り扱い性の観点から、アルカノールアミン類が好ましく、トリエタノールアミンがより好ましい。

スラリー中の有機アミンの含有量は、スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で0.5～5.0であり、好ましくは1.0～4.0である。スラリーの液体成分中の水分に対して有機アミンの質量比が0.5未満の場合には、切断加工時のスラリーの粘度変化を十分に抑制することができないばかりか、スラリーの初期粘度が低くなるため好ましくない。また、有機アミンは塩基性物質ほどの強い塩基性を持たないために、スラリーの液体成分中の水分に対して有機アミンの質量比が5.0以下では一種の緩衝作用によってスラリーのpHは大きく変化しない。しかし、スラリーの液体成分中の水分に対して有機アミンの質量比が5.0を超える場合には、スラリーの化学的作用が鈍くなって、切断速度の低下が起こるため好ましくない。

【0016】

また、本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーの初期粘度は、特に限定されるものではないが、回転粘度計（例えば、ブルックフィールド社製、プログラマブルレオメータDV-III）を用いて、90℃、ずり速度57.6 [s⁻¹]において、50～120 mPa・sが好ましい。シリコンインゴット切削用スラリーの初期粘度が低過ぎると、ワイヤーに塗布したスラリーが垂れ落ち易くなることがあり、初期粘度が高過ぎると、シリコンインゴット切断部へのスラリー供給量が不足する。また、切断加工中のスラリー粘度は、特に限定されるものではないが、回転粘度計（例えば、ブルックフィールド社製、プログラマブルレオメータDV-III）を用いて、90℃、ずり速度57.6 [s⁻¹]において、160 mPa・s以下が好ましく、120 mPa・s以下がより好ましい。切断加工中のスラリー粘度が高過ぎると、シリコンインゴット切断部におけるスラリーの均一な分散が妨げられ、切断速度が低下したり、ワイヤーが破断したりすることがある。

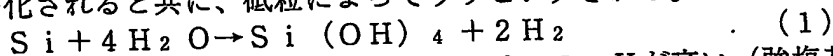
【0017】

本発明において、スラリーの液体成分としては、水、公知のクーラント及びこれらの混合物を用いることができる。ここで用いる水としては、不純物含有量の少ないものが好ましいが、これに限定されるものではない。具体的には、純水、超純水、市水、工業用水等が挙げられる。水の含有量は、特に限定されるものではないが、シリコンインゴット切削用スラリー全体の質量に対して、好ましくは10質量%～40質量%である。

また、クーラントとしては、ポリエチレングリコール、ベンゾトリアゾール、オレイン酸等を含む切削補助混合液として一般的に用いられるものであればよい。このようなクーラントは市販されており、具体的には商品名マルチリカノール（理化商会社製）、ルナクーラント（大智化学産業社製）等が挙げられる。クーラントの含有量は、特に限定されるものではないが、シリコンインゴット切削用スラリー全体の質量に対して、好ましくは10質量%～40質量%である。

【0018】

本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーは、塩基性物質により強塩基性を有する。そのためシリコンインゴット切断界面は、以下の式（1）に示すような反応によって脆弱化されると共に、砥粒によってラッピングされる。



そして、上式から分かるように、スラリーのpHが高い（強塩基性である）ほど、シリコンの反応がより促進される。このため、本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーは、12以上、好ましくは13以上のpHを有する。スラリーのpHが低すぎる場合には、シリコンの反応（脆弱化）速度が低く、切断速度を向上させることができないため好ましくない。

また、本発明のシリコンインゴット切削用スラリーは、65℃～95℃で使用する。スラリーを使用する温度が65℃未満の場合には、反応が活性化されないため切断抵抗が十分に低減されず、95℃を超える場合には、スラリー中の液体成分（主に水分）の蒸発によって反応に必要な水分が不足し、切断抵抗が増大するので、好ましくない。

【0019】

本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーには、製品の品質保持および性能安定化を図る目的や、シリコンインゴットの種類、加工条件等に応じて、各種の公知の添加剤を加えてもよい。このような添加剤としては、例えば、保湿剤、潤滑剤、防錆剤、エチレンジアミンテトラ酢酸ナトリウム塩のようなキレート剤、ベントナイトのような砥粒分散補助剤等を挙げることができる。

【0020】

本発明のシリコンインゴット切削用スラリーは、上記の各成分を所望の割合で混合することにより調製することができる。各成分を混合する方法は任意であり、例えば、翼式攪拌機で攪拌することにより行うことができる。また、各成分の混合順序についても任意である。更に、精製などの目的で、調製されたシリコンインゴット切削用スラリーにさらなる処理、例えば、濾過処理、イオン交換処理等を行ってもよい。

【0021】

本発明によるシリコンインゴットの切断方法では切断装置が用いられる。ここで使用される切断装置としては、任意のものを用いることができるが、例えば、バンドソー、ワイヤーソー、マルチバンドソー、マルチワイヤーソー、外周刃切断装置および内周刃切断装置が挙げられる。これらの中でも特に、直径の大きい、例えば、6インチ以上のインゴットを切断する際には、ワイヤーソー及びマルチワイヤーソーが好ましい。その理由は、他の切断装置に比べて、小さい切断代および均一な厚さでインゴットを切断することができ、一度に多数枚のウエハを切断することができるからである。

【0022】

ここで、本発明によるシリコンインゴットの切断方法を、切断装置としてマルチワイヤーソーを用いた場合を例にとって説明する。図1に示すように、マルチワイヤーソー10は、シリコンインゴット2を固定し、押し下げるためのインゴット送り機構1と、裸のワイヤー3を送るためのワイヤー送り機構と、シリコンインゴット切削用スラリーを供給す

るためのスラリー攪拌・供給タンク 8 と、シリコンインゴット切削用スラリーを裸のワイヤー 3 に塗布するためのスラリー塗布ヘッド 9 と、裸のワイヤー 3 を送り出すためのワイヤー送出機構 5 と、裸のワイヤー 3 を巻き取るためのワイヤー巻取機構 6 と、裸のワイヤー 3 の張力を一定に保つための張力制御ローラー 7 とを備えている。そして、ワイヤー送り機構は、同期回転する二本の回転ローラー 4 を備え、その回転ローラー 4 の外周にはワイヤー 3 を案内する溝が形成されている。また、ここで用いる裸のワイヤーとしては、金属製のものや樹脂製のものが挙げられ、切断効率の観点から、金属性のものがより好ましい。

【0023】

このようなマルチワイヤーソーによりシリコンインゴットを切断する際には、インゴット送り機構 1 に固定されたシリコンインゴット 2 を裸のワイヤー 3 に接触させる。裸のワイヤー 3 は、ワイヤー送り機構と同期するワイヤー送出機構 5 から送り出されると共に、ワイヤー巻取機構 6 で巻き取られる。また、スラリー攪拌・供給タンク 8 から供給されたシリコンインゴット切削用スラリーは、スラリー塗布ヘッド 9 を介してワイヤー 3 上に塗布される。そして、図 2 に示すように、シリコンインゴット切削用スラリーが、走行する裸のワイヤー 3 によりシリコンインゴット切断部に運ばれると、シリコンインゴット 2 がラッピング作用によって削られ、切断される。

【0024】

つぎに、マルチワイヤーソー 10 を用いるシリコンインゴット 2 の切断における評価方法について、図 3 を参照しつつ説明する。図 3 はマルチワイヤーソー 10 を用いるシリコンインゴット 2 の切断における各パラメーターの関係を示す図であり、図 3 の (a) はシリコンインゴット 2 の切断方法を示す模式図、図 3 の (b) は図 3 の (a) の A-A 矢視断面図である。図 3 において、シリコンインゴット 2 の送り速度を V 、ワイヤー 3 の送り速度を U 、切断抵抗を P 、切断方向に直角な方向のワイヤー 3 の変位を δ_x 、切断方向のワイヤー 3 の変位を δ_y 、ワイヤー 3 の張力を T とすると、以下の実験式が一般に知られている。

$$P \propto V/U \quad (3)$$

$$\delta_x \propto P/T \quad (4)$$

$$\delta_y \propto P/T \quad (5)$$

これらの式に基づき、マルチワイヤーソー 10 を用いるシリコンインゴット 2 の切断において、切断方向に直角な方向のワイヤー 3 の変位 δ_x 及び切断方向のワイヤー 3 の変位 δ_y (撓み) を測定することによって、切断速度や切断抵抗を評価することができる。

【0025】

これを詳細に説明すれば、まず、ワイヤー 3 によってシリコンインゴット 2 の切断界面に砥粒 22 を含むスラリーが導入される。そして、スラリー中の砥粒 22 の偏在によって、切断方向に直角な方向のワイヤー 3 の変位 δ_x および切断方向のワイヤー 3 の変位 δ_y が生じる。 δ_x は切断方向に直角な方向のワイヤー 3 の変位であるので、この値が大きくなると、シリコンインゴット 2 を切断して得られるウエハの反り、厚さむら、微小な凹凸 (ソーマーク) が発生し、ウエハの品質が低下する。従って δ_x は小さいほどよい。また、 δ_y が大きくなると、切断界面でのワイヤー 3 に切断方向の遅れがでて、所望の切断速度が得られないため、 δ_y は小さいほどよい。ワイヤー 3 の張力 T が一定であるとする、式 (4) 及び (5) より、 δ_x 及び δ_y を小さくするためには切断抵抗 P を低減すればよい。そして、式 (3) から分かるように、切断抵抗 P を低減するには、シリコンインゴット 2 の送り速度 V を小さくするかワイヤー 3 の送り速度 U を大きくすれば良いことになる。しかし、シリコンインゴット 2 の送り速度 V は、シリコンインゴット 2 の切断速度に比例するため、あまり小さくすることはできない。ワイヤー 3 の送り速度 U を大きくすると、ワイヤー長を長くする必要が生じ、ワイヤー費用が嵩むことになる。従って U をあまり大きくすることはできない。このように各パラメーターは各々密接に関係しているので、ウエハの切断効率や品質を考慮した上で、バランスを取るように各パラメーターを設定し、切断速度や切断抵抗の評価を行う。

なお、マルチワイヤーソーを用いる場合を例にとって各パラメーターを説明したが、ワイヤーソーを用いる場合も同様である。

【0026】

また、切断速度や切断抵抗を評価する他の方法として、図4に示すような研磨装置を用いる方法が挙げられる。

研磨装置21は、シリコンインゴット切削用スラリー11を溜めておくためのピーカー12と、前記スラリー11を加熱および磁石回転子13により攪拌するためのヒーター・攪拌器14と、前記スラリー11の温度を測定するための温度計15と、研磨パッド16を貼り付けた回転テーブル17と、前記スラリー11を、送液チューブ18を介して研磨パッド16上に供給するための送液ポンプ19と、シリコンインゴット2を固定し、研磨パッド16に押し付けるための研磨ヘッド20とを備えている。

【0027】

このような研磨装置21においてシリコンインゴット2を研磨する際には、シリコンインゴット切削用スラリー11をヒーター・攪拌器14によって攪拌しながら、加熱する。回転テーブル17を所定の回転数で回転させ、このシリコンインゴット切削用スラリー11を送液ポンプ19で研磨パッド16上に塗布すると共に、研磨ヘッド20先端に固定されたシリコンインゴット2を所定の押圧で研磨パッド16に押し付ける。そして、一定時間経過後のシリコンインゴット2の質量変化から、研磨速度を求めることができ、また、研磨後のシリコンインゴット表面の微小な凹凸を観察することにより、研磨抵抗の大小（これはワイヤーソーを用いる場合の切断抵抗に相当する）を知ることができる。予備実験を行った結果、図4に示す方法で測定した研磨速度 E_p とマルチワイヤーソー10（図1参照）における切断速度 E_w との間に、 $E_w/E_p = 3/5$ の相関があることが分かった。

したがって、研磨速度およびシリコンインゴット研磨表面の評価によって、ワイヤーソーを用いる場合の切断速度および切断抵抗を評価することができる。

【実施例】

【0028】

以下、実施例により本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【実施例1】

8質量部の水酸化ナトリウムを100質量部の水に溶解して塩基性水溶液とし、この水溶液と100質量部のトリエタノールアミンと100質量部のポリエチレングリコールとを混合した。この混合溶液に、100質量部のSiC砥粒（フジミインコーポレーテッド社製、GC#1000、平均粒子径約 $10\mu\text{m}$ ）を加えて攪拌し、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。この時、スラリーの液体成分中の水分に対してトリエタノールアミンの質量比は、 $100 \div 100 = 1.0$ となる。また、得られたスラリーの25℃におけるpHは13.3であり、90℃、ずり速度 $57.6 [\text{s}^{-1}]$ における初期粘度は $50 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ であった。

【0029】

得られたシリコンインゴット切削用スラリーを用いて、下記に示す研磨条件で多結晶シリコンインゴット試料（ $3 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times$ 厚さ 1 mm ）を研磨した。スラリーを所定時間毎（0、2、4及び7時間）に採取し、回転粘度計（ブルックフィールド社製、プログラマブルレオメータDV-III）を用いて、ずり速度 $57.6 [\text{s}^{-1}]$ における粘度を測定した。結果を図5及び表1に示す。

【0030】

<研磨条件>

研磨パッド : 直径200mm（ビューラー社製、研磨用バフ、ウルトラパッド8インチウエハ用）
試料位置 : パッドの中心から65mm
研磨テーブル回転数 : 2.00 rpm

スラリー供給量 : 65 cc/分
 スラリー供給位置 : パッドの中心から 65 mm、試料の 30° 回転後方
 スラリー温度 : 90℃
 試料押圧 : 10 N

【0031】

〔比較例 1〕

8 質量部の水酸化ナトリウムを 100 質量部の水に溶解して塩基性水溶液とし、この水溶液と、100 質量部のポリエチレングリコールと、従来の増粘剤として 7.5 質量部のポリビニルアルコールゲル（重合度 1500 のポリビニルアルコールと、水とを質量比 1 : 9 で混合しゲル化したもの）とを混合した。この混合溶液に、100 質量部の SiC 砥粒（フジミインコーポレーテッド社製、GC # 1000、平均粒子径約 10 μ m）を加えて攪拌し、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。得られたスラリーの 25℃における pH は 13.8 であり、また、90℃、ずり速度 57.6 [s^{-1}] における初期粘度は 30 mPa \cdot s であった。

得られたシリコンインゴット切削用スラリーを用いて、実施例 1 と同様にして粘度を測定した。結果を図 6 及び表 1 に示す。

【0032】

〔比較例 2〕

10.0 質量部のポリビニルアルコールゲル（重合度 1500 のポリビニルアルコールと、水とを質量比 1 : 9 で混合しゲル化したもの）を混合する以外は比較例 1 と同様にし、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。得られたスラリーの 25℃における pH は 13.8 であり、また、90℃、ずり速度 57.6 [s^{-1}] における初期粘度は 50 mPa \cdot s であった。

得られたシリコンインゴット切削用スラリーを用いて、実施例 1 と同様にして粘度を測定した。結果を図 6 及び表 1 に示す。

【0033】

〔比較例 3〕

15.0 質量部のポリビニルアルコールゲル（重合度 1500 のポリビニルアルコールと、水とを質量比 1 : 9 で混合しゲル化したもの）を混合する以外は比較例 1 と同様にし、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。得られたスラリーの 25℃における pH は 13.8 であり、また、90℃、ずり速度 57.6 [s^{-1}] における初期粘度は 90 mPa \cdot s であった。

得られたシリコンインゴット切削用スラリーを用いて、実施例 1 と同様にして粘度を測定した。結果を図 6 及び表 1 に示す。

【0034】

【表 1】

	スラリー採取時間			
	0 時間	2 時間	4 時間	7 時間
実施例 1	50 mPa \cdot s	60 mPa \cdot s	90 mPa \cdot s	105 mPa \cdot s
比較例 1	30 mPa \cdot s	50 mPa \cdot s	65 mPa \cdot s	105 mPa \cdot s
比較例 2	50 mPa \cdot s	90 mPa \cdot s	120 mPa \cdot s	190 mPa \cdot s
比較例 3	90 mPa \cdot s	140 mPa \cdot s	205 mPa \cdot s	305 mPa \cdot s

【0035】

図 5 及び表 1 から明らかなように、本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーでは、研磨加工時間が経過してもスラリーの粘度が大きく上昇することはなかった。従って、このスラリーを用いて、ワイヤーソーによりシリコンインゴットを切断する方法では、スラリーの粘度変化を抑制し、切断性能を長時間にわたって一定に保つことができる。

これに対して、従来の増粘剤であるポリビニルアルコールを用いて粘度を調製したスラリー（比較例 1～3）では、研磨加工を長時間行くと、水の蒸発によって粘度が上昇する

と共に、時間の経過に伴って粘度の変化率が増大した。従って、スラリーの粘度変化を小さくすることはできなかった(図6参照)。

【0036】

〔実施例2〕

実施例1と同様のシリコンインゴット切削用スラリーを用いて、下記に示す研磨条件で多結晶シリコンインゴット試料(3mm×3mm×厚さ1mm)を研磨した。研磨前後の試料の質量変化から研磨量を求め、研磨時間で除して研磨速度を求めた。結果を表2に示す。

<研磨条件>

研磨パッド : 直径200mm (ビューラー社製、研磨用バフ、ウルトラパッド
8インチウエハ用)
試料位置 : パッドの中心から65mm
研磨テーブル回転数 : 200rpm
研磨時間 : 5分
スラリー供給量 : 65cc/分
スラリー供給位置 : パッドの中心から65mm、試料の30°回転後方
スラリー温度 : 80℃
試料押圧 : 10N

【0037】

次に、得られたウエハを水で洗浄して、乾燥させた後、顕微鏡にてインゴットの研磨表面を観察し、以下の基準で評価した。結果を表2に示す。

<評価基準>

- : インゴットの研磨表面に凹凸が少ない
- △: インゴットの研磨表面に凹凸が多い
- ×: インゴットの研磨表面に凹凸が極めて多い

【0038】

〔比較例4〕

258質量部のクーラント(大智化学産業社製、ルナクーラント#691)に100質量部のSiC砥粒(フジミインコーポレーテッド社製、GC#1000、平均粒子径約10μm)を加えて攪拌し、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。得られたスラリーの25℃におけるpHは6.7であった。

得られたスラリーを25℃で用いる以外は実施例2と同様にして、多結晶シリコンインゴット試料を研磨した。結果を表2に示す。

【0039】

〔比較例5〕

97質量部の水と3.0質量部のトリエタノールアミンと100質量部のクーラント(大智化学産業社製、ルナクーラント#691)とを混合した。この混合溶液に100質量部のSiC砥粒(フジミインコーポレーテッド社製、GC#1000、平均粒子径約10μm)を加えて攪拌し、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。この時、スラリーの液体成分中の水分に対してトリエタノールアミンの質量比は、 $3.0 \div 100 = 0.03$ となる。また、得られたスラリーの25℃におけるpHは10.5であった。

得られたスラリーを用いて実施例2と同様にして、多結晶シリコンインゴット試料を研磨した。結果を表2に示す。

【0040】

【表 2】

	スラリー 温度	評価	
		研磨速度[$\mu\text{m}/\text{分}$]	インゴットの研磨表面
実施例 2	80	25	○
比較例 4	25	17	△
比較例 5	80	18	×

【0041】

表 2 から明らかなように、本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーは、研磨速度が従来の砥粒含有スラリー（比較例 4）の約 1.5 倍と高く、研磨表面に凹凸が少なかった。したがって、このスラリーを用いて、ワイヤーソーによりシリコンインゴットを切断する方法では、ウエハの生産効率を向上させることができ、且つ切断抵抗を低減することができるので、ウエハ品質を向上させることができる。また、切断抵抗を小さくした分だけ、インゴットの送り速度を大きくすることができるので、切断速度を更に高めることもできる。

これに対して、トリエタノールアミン含有量の異なるスラリー（比較例 5）では研磨速度が低く、研磨表面に凹凸が多かった。

【図面の簡単な説明】

【0042】

【図 1】本発明の一実施形態で用いたマルチワイヤーソーの概略図である。

【図 2】本発明の一実施形態におけるシリコンインゴットの切断部拡大図である。

【図 3】マルチワイヤーソーを用いるシリコンインゴットの切断における各パラメーターの関係を示す図である。

【図 4】本発明の一実施形態で用いた研磨装置の概略図である。

【図 5】実施例 1 におけるシリコンインゴット切削用スラリーの粘度を示すグラフである。

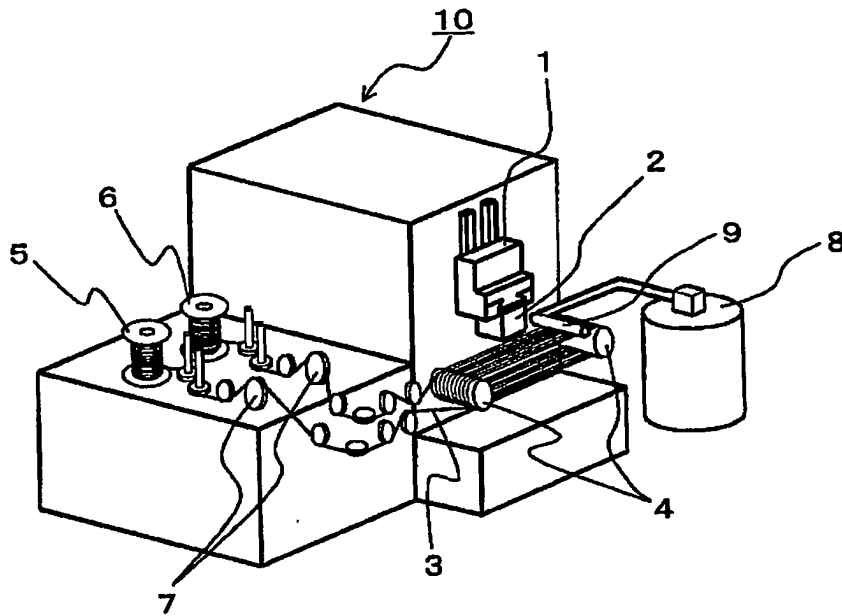
【図 6】比較例 1、2 及び 3 におけるシリコンインゴット切削用スラリーの粘度を示すグラフである。

【符号の説明】

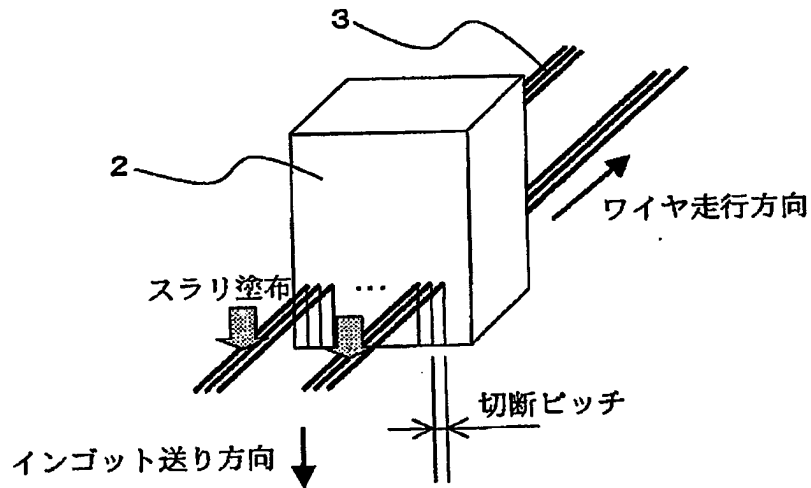
【0043】

1 インゴット送り機構、2 シリコンインゴット、3 ワイヤー、4 回転ローラー、5 ワイヤー送出機構、6 ワイヤー巻取機構、7 張力制御ローラー、8 スラリー攪拌・供給タンク、9 スラリー塗布ヘッド、10 マルチワイヤーソー、11 シリコンインゴット切削用スラリー、12 ピーカー、13 磁石回転子、14 ヒーター・攪拌器、15 温度計、16 研磨パッド、17 回転テーブル、18 送液チューブ、19 送液ポンプ、20 研磨ヘッド、21 研磨装置、22 砥粒。

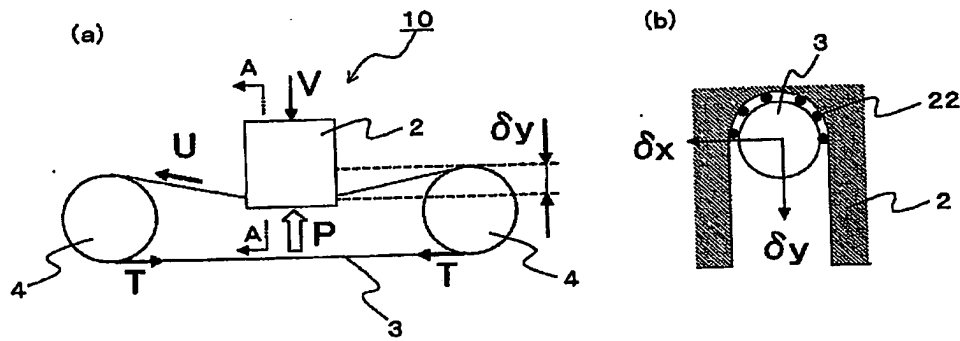
【書類名】 図面
【図 1】



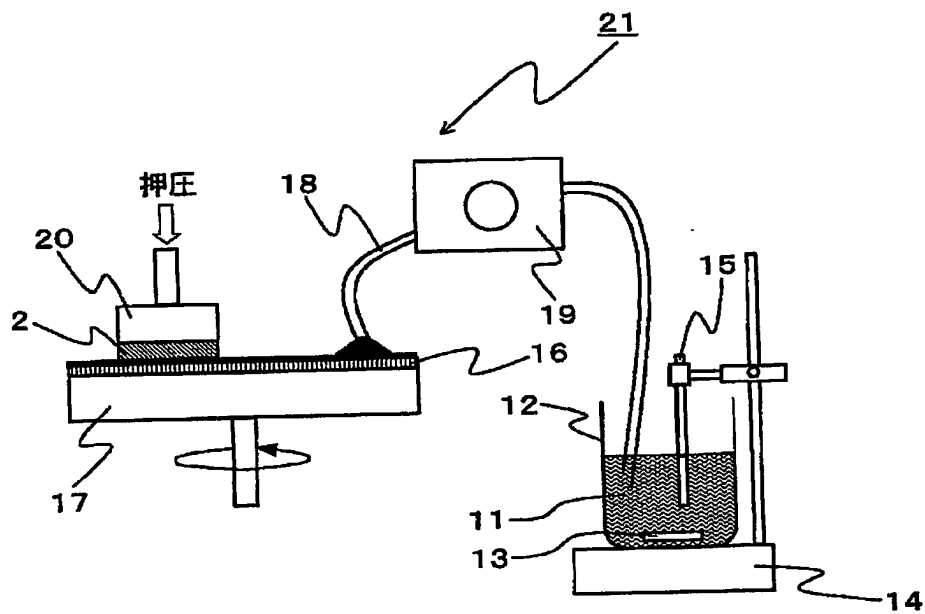
【図 2】



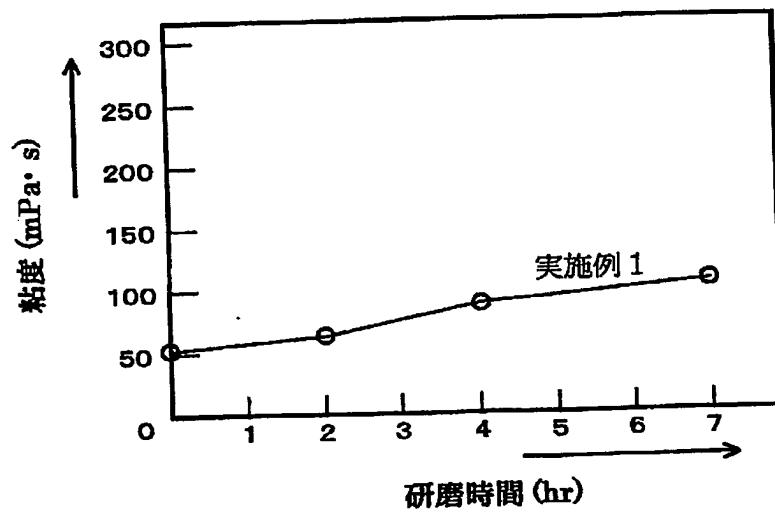
【図 3】



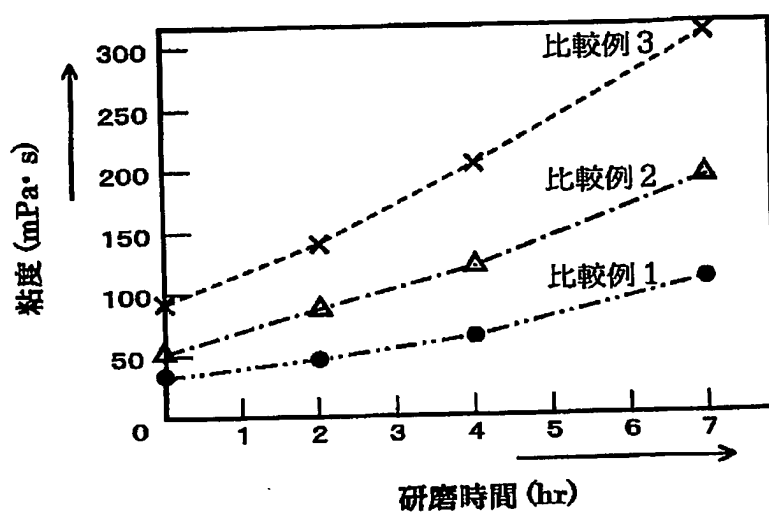
【図 4】



【図 5】



【図 6】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】シリコンインゴット切断加工時の切断抵抗を低減して、高品質のウエハを効率よく得ることができるシリコンインゴット切削用スラリー及びそれを用いるシリコンインゴットの切断方法を提供すること。

【解決手段】砥粒及び塩基性物質を含有するシリコンインゴット切削用スラリーにおいて、前記塩基性物質の含有量が、前記スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも3.5質量%であり、前記スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で0.5～5.0の有機アミンを含有し、且つスラリーのpHが12以上であることを特徴とする。上記スラリーを65℃～95℃で使用する。

【選択図】なし

特願 2003-356750

出願人履歴情報

識別番号

[000006013]

1. 変更年月日

1990年 8月24日

[変更理由]

新規登録

住所

東京都千代田区丸の内2丁目2番3号

氏名

三菱電機株式会社